This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

jp63075082/pn

ANSWER 1 OF 1 JAPIO COPYRIGHT 2002 JPO

ACCESSION NUMBER:

1988-075082 **JAPIO**

TITLE:

AEROSOL TYPE WATER AND OIL REPELLENT COMPOSITION AMIMOTO YOSHIO; AOYAMA HIROICHI; OKAMOTO SUMIKO

INVENTOR:

PATENT ASSIGNEE(S): DAIKIN IND LTD

PATENT INFORMATION:

PATENT NO KIND DATE ERA MAIN IPC

JP 63075082 A 19880405 Showa C09K003-18

APPLICATION INFORMATION

STN FORMAT:

JP 1986-221202

19860918

ORIGINAL:

JP61221202

Showa

PRIORITY APPLN. INFO.:

INT. PATENT CLASSIF.:

JP 1986-221202

19860918

SOURCE:

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN (CD-ROM), Unexamined

Applications, Vol. 1988

MAIN: SECONDARY: C09K003-18 C08L033-16; C09K003-18; C09K003-30; D06M015-277;

D06M015-643

ABSTRACT:

PURPOSE: To aerosol type water and oil repellent composition, consisting of a copolymer of a specific polymerizable compound, silicone, solvent and propellant and capable of imparting water as well as oil repellency to various fibers.

CONSTITUTION: A composition obtained by blending (A) a homopolymer or copolymer of a polymerizable compound having perfluoroalkyl group or perfluoroakenyl group and (meth)acrylic acid group, e.g. CF<SB>3</SB>(CF<SB>2</SB>)<SB>3</SB>CH<SB>2</SB>CH<SB>2</SB> OCOCH=CH<SB>2</SB>, 2-ethylhexyl methacrylate, etc., with (B) a silicone which is a silicone oil, silicone varnish or a blend thereof, (C) a solvent capable of dissolving the polymer (A), e.g. methylchloroform, etc., and (D) a propellant. The blending weight ratio of the components (A) to (B) is preferably 30:70∼95:5.

COPYRIGHT: (C) 1988, JPO&Japio

THIS PACE BULLING WAS IND.

19日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出 顋 公 開

⑫ 公 開 特 許 公 報 (A)

昭63-75082

@Int_Cl_4	識別記号	◎公開	昭和63年(1988)4月5日	
C 09 K 3/1 C 08 L 33/1 C 09 K 3/1	6 LJE	6958-4H 7167-4J 6958-4H		
3/3 D 86 M 15/2 15/6	77	6958-4H 6768-4L 6768-4L	審査請求 有	発明の数 1 (全5頁)

8発明の名称 エアゾル型撥水撥油剤組成物

②特 願 昭61-221202

②出 顏 昭61(1986)9月18日

大阪府高槻市大蔵司2-15-9 吉 明 ②発 大阪府高槻市如是町28-1-707 博 ②発 明 者 ш 大阪府豊中市千里園3-3-50 澄 本 明 者 ♂発

⑪出 願 人 ダイキン工業株式会社 大阪府大阪市北区中崎西2丁目4番12号 梅田センタービ

ル

②代理人 并理士青山 葆 外2名

明細・曹

1. 発明の名称

エアゾル型撥水撥油剤組成物

2. 特許請求の範囲

- 1. (A) パーフルオロアルキル基もしくはパーフルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基を有する重合性化合物の少なくとも1種のホモ重合体もしくは共重合体または前記重合性化合物の少なくとも1種と共重合可能な重合性化合物との共重合体、
- (B) シリコーン油、シリコーンワニスまたは それらの混合物であるシリコーン
 - (C) 重合体(A)を溶解する溶剤、および
 - (D) 咖啡剂

を配合して成るエアゾル型提水扱油剤和成物。

- 2. 仮合体(A)とシリコーン(B)との重量比が 30:70~95:5である特許請求の範囲第1項 記載の撥水撥油剤組成物。
- 3. 重合体(A)とシリコーン(B)の合計重量が 重合体(A)とシリコーン(B)と絡剤(C)の合計重

型に対して0.2~2.0 重盤%である特許請求の 範囲第1項または第2項に記載の撥水撥加刷組成 物。

- 4. 順射剤(D)の重量が重合体(A)とシリコーン(B)と溶剤(C)の合計重量に対して1/4~2 倍である特許清求の範囲第1~3項のいずれかに 記載の投水投油剤組成物。
- 3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、パーフルオロアルキル基もしくはパーフルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基を有する重合性化合物の重合体を成分とする、各種の繊維に撥水撥油性を付与するエアゾル型撥水撥油剤組成物に関する。

[従来技術]

パーフルオロアルキル基もしくはパーフルオロアルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタクリル酸基を有する重合性化合物の重合体が模能級物の撥水撥油剤として有用であることは知られており、エアゾル配合により簡便に繊維微物に適用

されている。しかしながら、かかる複水根油剤は、 多くの場合、エアゾル散布により被処理物を白化 させることがある。従来、白化を防止するため酢 酸セロソルブなどを配合している。しかし、酢酸 セロソルブは、強い刺激臭を有し、場合によって は撥水性を低下させるという欠点を有する。 {発明の目的]

本発明の目的は、前紀欠点を解決したエアゾル 配合の撥水撥油剤組成物を提供することにある。 [発明の構成]

本発明の目的は、

(A) パーフルオロアルキル基もしくはパーフ ルオロアルケニル基およびアクリル酸器もしくは メククリル酸基を有する重合性化合物の少なくと も1種のホモ重合体もしくは共重合体または前記 重合性化合物の少なくとも1種と共頂合可能な更 合性化合物との共重合体、

(B) シリコーン油、シリコーンワニスまたはそれらの混合物であるシリコーン

(C) 頭合体(A)を溶解する溶剤、および

OCOR*

R!-CH*CHCH*OCOCR*=CH*(5)
R!-O-Ar-CH*OCOCR*=CH*(6)
[式中、R!は炭素数3~21のパーフルオロアルキル基またはパーフルオロアルケニル基、R*は次素または炭素数1~10のアルキル基、R*は炭素数1~10のアルキレン基、R*は炭素数1~10のアルキレン基、R*は火チル基、Arは置換基を有することもあるアリール基、nは1~10の整数を表わす。]
で示される化合物を挙げることができる。

きらに具体的には、CF₃(CF₃)₇(CH₃)O-COCH=CH₁、CF₃(CF₃)₆(CH₃)O-COC(CH₃)=CH₁、(CF₃)₁CF(CF₃)₁-(CH₃)₁OCOCH=CH₂、CF₃(CF₃)₇(C H₃)₁OCOC(CH₃)=CH₃、CF₃(CF₃)₇-(CH₃)₁OCOCH=CH₃、CF₃(CF₃)₇-N(CH₃)(CH₃)₁OCOCH=CH₃、CF₃-(CF₃)₇SO₁N(C₁H₃)(CH₃)₁OCOC (CH₃)=CH₃、(CF₃)₂CF₃(CF₃)₃CH₃-CH(OCOCH₃)CH₃OCOC(CH₃)=CH₃、 (D) 噴射剂

を配合して成るエアゾル型投水投油剤組成物によ り造成される。

面合体(A)において、パーフルオロアルキル基 もしくはパーフルオロアルケニル基およびアクリ ル酸基もしくはメタクリル酸基を有する面合性化 合物と共重合可能な他の面合性化合物との共重合 体の場合では、前者が少なくとも共重合体中25 重量%であり、好ましくは少なくとも40重量% である。

パーフルオロアルキル基もしくはパーフルオロ アルケニル基およびアクリル酸基もしくはメタク リル酸基を有する重合性化合物の例として、式:

$$R^{1}$$
|
| R1-S0=NR*OCOCR*=CH, (1)

$$Rf - (CH_2)nOCOCR^3 = CH_2 \qquad (2)$$

$$R^{1}$$

$$R_{1} - CONR^{2}OCOCR^{3} = CH, \qquad (3)$$

(CF,),CF(CF,),CH,-CH(OH)CH,O-COCH=CH,、C.F,,-O-CH,O-COCH=CH, C.F,,-O-CH,O-COC(CH,)=CH,を例示することができる。

他の共取合可能な知合性化合物には種々のものがあるが、例示すると、

(1)アクリル酸およびメタクリル酸ならびにこれらのメチル、エチル、ブチル、イソブチル、1ーブチル、プロピル、2ーエチルへキシル、ヘキシル、デシル、ラウリル、ステアリル、イソボルニル、βーヒドロキシエチル、グリンジルエステル、フェニル、ベンジル、4ーシアノフェニルエステル類、RO(CH,CH,O)sH(ここで、Rはアルキル基、sは1以上の整数である。)とのエステル、(2)酢酸、プロピオン酸、カブリル酸、ラウリル酸、ステアリン酸等の脂肪酸のピニルエステル、(2)酢酸、プロピオン酸、カブリル酸、ラウリル酸、ステアリン酸等の脂肪酸のピニルエステル、(3)スチレン、αーメチルスチレン・アーメチルスチレン等のスチレン系化合物、(4)ファ化ビニル、塩化ビニリデン等のハロゲン化ビニリデン、塩化ビニリデン等のハロゲン化ビニリデン、塩化ビニリデン等のハロゲン化ビニ

特問昭63-75082 (3)

ルまたはビニリデン化合物類、(5)ヘブタン酸アリル、カブリル酸アリル、カブロン酸アリル等の脂肪族のアリルエステル類、(6)ビニルメチルケトン、ビニルエチルケトン等のビニルアルキルケトン類、(7)Nーメチルアクリルアミド、Nーメチロールメタクリルアミド等のアクリルアミド類、(8)2.3ージクロロー1.3ーブタジエン、イソプレン等のジエン類、および(9)ジメククリル酸エチレンでリコールのアクリル酸またはメタクリル酸エステルなどを例示できる。

シリコーン(B)として、シリコーン油、シリコ ーンクニスまたはこれら混合物を用いる。

シリコーン油は、最も一般的には、式:

M-0-D nM

[但し、Mは(CH₃)₃Si-、Dは-(CH₃)₃Si O-、nは0~8の整数である。] で示されるメチルシリコーン油であって、粘度が 25℃において0.65~10000es(センチ ストークス)である。メチルシリコーン油には、ご

尚、シリコーンワニスを製造するには、2つの 官能器を持ったジクロルシラン、例えば、ジメチ ルジクロルシラン、メチルフェニルジクロルシラ ン、メチルビニルジクロルシラン、ジフェニルジ クロルシランなどと、3つの官能店を持ったトリ クロルシラン、例えばメチルトリクロルシラン、 フェニルトリクロルシラン、ビニルトリクロルシ ランなどを適当な割合で混合し、それを共加水分 解した後、加熱によって縮合して得られる初期の 低重合体を溶剤に溶解する。

シリコーン油およびシリコーンワニスには市販品、例えば、トーレシリコーンSH710および SD8000(トーレシリコーン(株)双)(枯度 く少項の-(CH3)Si-O-を含むものもある。 | O~

このほか、-(CII。),SiO-に代えて
-(C,II。),SiO-、-H(CH。)SiHO-、
-(CII。)(C,II。)SiO-、-(C,II。),SiO-と-(CH。),SiO-との混合したものまたはこれらのメチル基やフェニル基を塩素化したものを 協造単位として有するシリコーンが代表的なシリコーン油である。本発明では、以上に挙げたもの に限らず、使用することができる。

シリコーンワニスは、重合初期状態にあるシリコーン樹脂を溶剤に溶解したもので、加熱すると 鉱合を起こして三次元網状構造の皮膜を形成する ものである。シリコーン樹脂は式:DTn

[但し、Dは-(CH3),SiO-、-(CH3)(C3H4) SiO-、-(CH3)(CH3=CH)SiO-、 -(C3H3),SiO-であり、Tは-(CH3)SiO-、 !

-(C.II,)SiO-または-(CH,=CH)SiO-

S H 7 I 0: 5 0 0 cps、 S D 8 0 0 0: 5 0 % ミネラルターペン溶液で 5 cps)などを使用するの が軒部合である。

共電合体(A)とシリコーン(B)との重量比は 30:70~95:5であることが好ましい。

溶剂(C)は、蛋合体(A)を溶解する溶剤であるか、代表的なものとしては、炭化水素、例えばヘキサン、石油ターペン、含ハロゲン炭化水素、例えばメチルクロロホルム、ハロゲン化水素、例えばトリクロロトリフルオロエタン、トリクロロエチレンおよびテトラクロロエチレンなどが挙げられる

溶剤(C)の量は、重合体(A)とシリコーン(B) の合計重量が重合体(A)とシリコーン(B)と溶剤 (C)の合計重量に対して0.2~2.0重量%になる量であることが好ましい。

順射剂(D)の代表的な例としては、トリクロロ フルオロメタン、ジクロロジフルオロメタンおよ びクロロジフルオロエタンなどが挙げられる。

頃射剤(D)の質量は低合体(A)とシリコーン

特開昭63-75082 (4)

(B)と溶刺(C)の合計重量に対して1/4~2倍であることが好ましい。

本発明の根水根油組成物には、他の成分、例えばシリコーンワニスの硬化剤などを必要に応じて 加えることができる。

本発明の撥水撥油組成物を製造するには、例えば、重合体(A)を溶剤(C)により溶解した後、シリコーン(B)を混合し、次いで噴射剤(D)を混合すればよい。

本発明の撥水撥油組成物を吹き付けにより週用 する適当な基体は、天然および合成繊維ならびに 皮並などである。

[発明の効果]

本作明のエアソル型撥水撥油剤組成物においては、これにより処理された基体に白化が生じず、 優れた撥水性が得られる。

[実施例]

以下に実施例および比較例を示し、本発明を更に詳しく説明する。

祖水性は、J!S L-1005のスプレー法に

の混合物に、吸射剤ジクロロジフルオロメタン(ダイフロン12、ダイキン(株)製)30 重量部を加えて混合し、エアゾル型撥水撥油剤組成物を調製した。 この組成物を、ナイロンの黒布に吹き付けたが、白化は生じなかった。また、ポリエステル/綿混紡布での撥水性を測定したが、結果を第2表に示す。

实施例2~8

第2表に示すような視類および量の重合体、シリコーンおよび溶剤を用い、ジクロロジフルオロメタン30重量部を加え、エアゾル型撥水積油剤 組成物を調製した。撥水性および白化の結果を第2表に示す。尚、シリコーン油には実施例1と同様のもの、シリコーンフニスにはトーレシリコーンSD8000を用いた。

比绘例:

実施例2と同様の理合体の0.4%メチルクロロホルム溶液100質量部にジクロロジフルオロメタン30重量部を加えてエアゾル型撥水撥油剤組成物を調製した。撥水性および白化の結果を築

よる投水性Noとして表した。投水性の評価基準 を乳1数に示す。

第1表

投水性 No	状態
100	表面に付着混糊がない
9 0	表面にわずかに付着湿潤を示す
8 0	表面に部分的温潤を示す
7 0	表面に温潤を示す
5 0	表面全体に温潤を示す
0	表裏面が完全に温潤を示す

実施例 1

含フッ素モノマーCF。(CF。)nCH,CH,CH,O-COCH=CH。[n=3のもの55重量%とn=4のもの28重量%とn=5のもの11重量%とn=6のもの4重量%とn=7のもの1重量%の混合物](以下、モノマーaと略す。)と2ーエチルへキシルメタクリレートの共重合体の0.4重量%メチルクロロホルム溶液70重量部とシリコーン油(トーレシリコーンSH700、東レ(株)製)の0.4重量%メチルクロロホルム溶液30重量部

2表に示す。

比较例 2

第2表に示す関合体を用いる以外は、比較例! を繰り返した。撥水性および白化の結果を第2表 に示す。

特開昭63-75082 (5)

		क्र	2 表						
	近合体(A) · 科 類	16 51 H	シリコーン (B) 日 草	១១৮	(A):(B) (重 页 部)	冷却	吹き付けら (g/1000cm*)	抱水性	白化
尖矩列	モノマーa. 2 - エチルヘキシルメタクリレート	6	シリコーン油	-	70:30	メチルクロロ ホルム	10	9 0	ИL
異施 例	モノマー& 2 - エテルヘキシルメタクリレート グリシジルメタクリレート	6	シリコーンクニス	-	70:30	メチルクロロ ホルム	10	100	なし
支施外	モノマー& ステアリルメタクリレート	5 5	シリコーン油		70:30	ミネラル ターペン	t 0	8 0	なし
英雄野	モノマーa ステアリルアクリレート モノマーb 1	6 3.5 0.5	シリコーンワニス	-	80:20	ミネラル ターペン	10	9 0	なし
突 泛 师	モノマー。 シクロヘキシルメタクリレート	7 3	シリコーン油 シリコーンワニス	2 8	50:50	メチルクロロ ホルム	5	9 0	n L
突定的	モノマー& 2 - エチルヘキシルメタクリレート N-メチロールアクリルアミド	6 3.5 0.5	シリコーンワニス	-	60:40	メチルクロロ ホルム	10	100	なし
支压多	モノマーa グリシジルメタクリレート	7 3	シリコーン油	-	60:40	メチルクロロ ホルム	10	9 0	űι
实施多	ディフマーロ ステアリルアクリレート モノマーc 2)	6 3	シリコーン油 シリコーンワニス	1 9	50:50	メチルクロロ ホルム	5	9 0	なし
比较多	ポモノマー2 2-エチルヘキシルメタクリレート グリンジルメタクリレート	6 3		-	100:0	メチルクロロ ホルム	10	8 0	あり
比如日	マリマーな ステアリルメタクリレート モノマーb	6 3.5 0.5		-	100:0	メチルクロロホルム	1 0	8 0	あり

注 1)モノマーb: CH,= CCOO(CH,CH,O)nCOC=CH, [n=平均23] CH。 CH,

2)モノマーc: CH.O(CH.CH.O)aCOC=CH. [n=平均9] CH. THIS PAGE BLANK (USPTO)